

jp02060968/pn

L3 ANSWER 1 OF 1 JAPIO (C) 2004 JPO on STN
ACCESSION NUMBER: 1990-060968 JAPIO
TITLE: RESIN COMPOSITION FOR POWDER COATING MATERIAL
INVENTOR: AGAWA TETSURO; TAKEDA HIROBUMI; OOKA MASATAKA
PATENT ASSIGNEE(S): DAINIPPON INK & CHEM INC
PATENT INFORMATION:

PATENT NO	KIND	DATE	ERA	MAIN IPC

JP 02060968	A	19900301	Heisei	C09D005-03

APPLICATION INFORMATION

STN FORMAT: JP 1988-214076 19880829
ORIGINAL: JP63214076 Showa
PRIORITY APPLN. INFO.: JP 1988-214076 19880829
SOURCE: PATENT ABSTRACTS OF JAPAN (CD-ROM), Unexamined
Applications, Vol. 1990
INT. PATENT CLASSIF.:
MAIN: C09D005-03

ABSTRACT:

PURPOSE: To make it possible to form a resin composition for a fluororesin powder coating material, which can be cured under usual curing conditions and has very excellent weathering resistance, by mixing a specified fluoroolefin copolymer with a hydroxy-reactive curing agent as essential components or further adding a curing catalyst to the mixture.
CONSTITUTION: This composition is prepared by mixing, as the essential components, (A) a hydroxylated fluoroolefin copolymer of a number-average MW of 1000-100000 and a softening point (ring and ball method) of 60-150°C, (B) a hydroxy-reactive curing agent and (C) a curing catalyst for accelerating the crosslinking reaction of component A with component B. Component A is obtained, for example, by copolymerizing a fluoroolefin with a hydroxylated monomer and other monomers copolymerizable therewith. Examples of component B include aminoplasts and blocked polyisocyanates. Examples of components C include dibutyltin diacetate, trimethylamine, p-toluenesulfonic acid and phosphoric acid.
COPYRIGHT: (C)1990,JPO&Japio

⑪ Int.Cl.³

C 09 D 5/03

識別記号

PNL

庁内整理番号

6845-4J

⑬ 公開 平成2年(1990)3月1日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全8頁)

⑭ 発明の名称 粉体塗料用樹脂組成物

⑮ 特 願 昭63-214076

⑯ 出 願 昭63(1988)8月29日

⑰ 発 明 者 阿 河 哲 朗 大阪府泉大津市条南町4-17
 ⑰ 発 明 者 竹 田 博 文 大阪府八尾市太田3-188-2
 ⑰ 発 明 者 大 岡 正 隆 大阪府堺市出島町2-7-46-410
 ⑰ 出 願 人 大日本インキ化学工業 東京都板橋区坂下3丁目35番58号
 株式会社
 ⑰ 代 理 人 弁理士 高橋 勝利

明 細 書

1. 発明の名称

粉体塗料用樹脂組成物

2. 特許請求の範囲

1. 必須の成分として、数平均分子量が1,000～100,000で、かつ軟化点(環球法)が60～150℃なる、水酸基を有するフルオロオレフィン共重合体(A)と、

水酸基と反応性を有する硬化剤(B)を含んで成る、粉体塗料用樹脂組成物。

2. 必須の成分として、数平均分子量が1,000～100,000で、かつ軟化点(環球法)が60～150℃なる、水酸基を有するフルオロオレフィン共重合体(A)と、

水酸基と反応性を有する硬化剤(B)と、

さらに、上記した水酸基含有フルオロオレフィン共重合体(A)と水酸基反応性硬化剤(B)との架橋反応を促進させるための硬化触媒(C)とを含んで成る、粉体塗料用樹脂組成物。

3. 前記水酸基含有フルオロオレフィン共重合

体(A)が、フルオロオレフィン(a-1)の15～70重量%、水酸基を含有する単量体(a-2)の1～30重量%、および共重合可能な他の単量体(a-3)の5～84重量%を、これら全反応成分の合計量が100重量%となるように共重合させて得られるものである、請求項1または2に記載の組成物。

4. 前記水酸基反応性硬化剤(B)がブロックポリイソシアネート化合物である、請求項1または2に記載の組成物。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は新規にして有用なる粉体塗料用樹脂組成物に関する。さらに詳細には、ベース樹脂成分としての水酸基含有フルオロオレフィン共重合体と、硬化剤成分としての水酸基反応性化合物とを必須の成分として含んで成るか、あるいは水酸基含有フルオロオレフィン共重合体と、水酸基反応性の硬化剤と、硬化触媒とを含んで成る、いわゆる、ふっ素樹脂系粉体塗料用の樹脂組成物に関する。

る。

〔従来の技術〕

この種のふっ素樹脂系の粉体塗料用の樹脂として、ふっ化ビニリデンを主成分とする熱可塑性タイプのものがある。

ふっ素樹脂（フルオロオレフィン共重合体）は、耐薬品性をはじめとして、耐熱性、耐摩耗性、非粘着性および耐候性が良好であるために、広範に利用されてはいるものの、その反面で、融点が高い処から、粉砕に特殊な装置が必要となるし、高温での溶融焼付けもまた必要であるなどの不都合があつて、粉体塗料としての利用が殆んど為されてはいない、というのが現状である。

一方、熱硬化性の粉体塗料としてのアクリル粉体塗料は、耐候性、耐汚染性または外観などがすぐれるものであるために広く用いられてはいるが、長期の耐候性が要求される用途には不十分なものであり、したがって、従来の製造方式による扱い易い形の、熱硬化性の高耐候性粉体塗料の実用化が望まれている。

との架橋反応を促進させるための硬化触媒(Ⅱ)とを含んで成る粉体塗料用樹脂組成物を提供とするものである。

ここにおいて、上記したフルオロオレフィン共重合体(A)としては、たとえば、ふっ化ビニル、ふっ化ビニリデン、トリフルオロエチレン、テトラフルオロエチレン、プロモトリフルオロエチレン、クロロトリフルオロエチレン、ペンタフルオロプロピレン、ヘキサフルオロプロピレン、または（パー）フルオロアルキル基の炭素数が1～18なる（パー）フルオロアルキルトリフルオロビニルエーテルの如き、フルオロオレフィン単位を必須の構成単位として含有し、なおかつ、側鎖に水酸基をも含有するものなどが挙げられ、当該フルオロオレフィン共重合体(A)は、①上掲された如きフルオロオレフィン〔以下、これを(a-1)なる一反応成分とする。〕と、後掲する如き、それぞれ、水酸基を含有する単量体〔以下、これを(a-2)なる一反応成分とする。〕と、これらのフルオロオレフィン(a-1)および水酸基含有単量体

〔発明が解決すべき課題〕

そこで、本発明者らは上述した従来技術における種々の欠点の存在に鑑みて、常用されている硬化条件で、つまり、汎用の粉体塗料におけると同様な硬化条件で硬化可能な、ふっ素樹脂系粉体塗料を得ることを目的として鋭意検討を重ねた結果、特定の分子量と軟化点とを有し、しかも反応性基（官能基）としての水酸基を含有するフルオロオレフィン共重合体と、この水酸基と反応しうる硬化剤との組み合わせになる組成物が、硬化性にすぐれるものであるから、耐溶剤性にすぐれるほか、極めて耐候性にすぐれる硬化塗膜を与えることを見い出して、本発明を完成されるに至った。

すなわち、本発明は必須の成分として、環球法により測定された軟化点が60～150℃で、数平均分子量が1,000～100,000で、かつ水酸基を含有するフルオロオレフィン共重合体(A)と、水酸基反応性の硬化剤(B)とを含んで成る、あるいは、こうしたフルオロオレフィン共重合体(A)と水酸基反応性硬化剤(B)と、これの共重合体(A)と硬化剤(B)

(a-2)と共重合可能な他の単量体〔以下、これを(a-3)なる一反応成分とする。〕とを共重合させる方法；あるいは②予め調製しておいた、フルオロオレフィン(a-1)と、上記共重合可能な他の単量体(a-3)のうちの一つであるカルボン酸ビニルエステルとを必須の反応成分とする共重合体を、特開昭59-219372号公報や特開昭60-158209号公報に開示されている如く、加水分解させる方法などによって調製することができるが、就中、①なる方法によるのが簡便であり、望ましい。

かかる①の方法により目的とするフルオロオレフィン共重合体(A)を調製するさいに用いられる水酸基含有単量体(a-2)の代表例としては、2-ヒドロキシエチルビニルエーテル、3-ヒドロキシプロピルビニルエーテル、2-ヒドロキシプロピルビニルエーテル、4-ヒドロキシブチルビニルエーテル、3-ヒドロキシブチルビニルエーテル、2-ヒドロキシ-2-メチルプロピルビニルエーテル、5-ヒドロキシペンチルビニルエーテ

ル、6-ヒドロキシヘキシルビニルエーテル、1-ヒドロキシメチル-4-ビニルオキシメチルシクロヘキサン、2-ヒドロキシエチルアリルエーテル、3-ヒドロキシプロピルアリルエーテル、4-ヒドロキシブチルアリルエーテル、2-ヒドロキシエチルアクリレートまたは2-ヒドロキシエチルメタクリレートなどが挙げられる。

当該水酸基含有単量体(a-2)のうち、共重合性の点からすれば、ビニルエーテル系のものが最も望ましく、一方、アクリル系のは、前掲のフルオロオレフィン(a-1)との共重合性が不十分であるので、それらの使用量は、目的共重合体(A)の重合率を低下させない範囲内に止められるべきである。

さらに、前掲された如きフルオロオレフィン(a-1)および水酸基含有単量体(a-2)と共重合可能な他の単量体(a-3)の代表例としては、メチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル、n-プロピルビニルエーテル、イソプロピルビニルエーテル、n-ブチルビニルエーテル、イソブ

チルビニル、イソ酪酸ビニル、ピバリン酸ビニル、カプロン酸ビニル、パーサティック酸ビニル、ラウリン酸ビニル、ステアリン酸ビニル、安息香酸ビニル、p-tert-ブチル安息香酸ビニル、サリチル酸ビニルもしくはシクロヘキサノールカルボン酸ビニルの如きカルボン酸ビニルエステル類などが挙げられるし、さらに、エチレン、プロピレン、塩化ビニル、塩化ビニリデン、(メタ)アクリロニトリルまたは各種(メタ)アクリル酸エステル類なども使用することができる。

当該共重合可能な他の単量体(a-3)のうち、目的共重合体(A)の調製時における重合率の向上および塗膜の耐候性の向上化などの面から、アルキルビニルエーテル類；シクロアルキルビニルエーテル類およびカルボン酸ビニルエステル類よりなる群から選ばれる少なくとも1種を用いるのが望ましいし、就中、得られる塗料の貯蔵安定性(耐ブロッキング性)や塗膜の硬度などの面から、シクロアルキルビニルエーテル類あるいはシクロヘキサノールカルボン酸ビニル、酢酸ビニル、安息香酸

(3) チルビニルエーテル、tert-ブチルビニルエーテル、n-ペンチルビニル、n-ヘキシルビニルエーテル、n-オクチルビニルエーテルもしくは2-エチルヘキシルビニルエーテルの如きアルキルビニルエーテル類；シクロペンチルビニルエーテル、シクロヘキシルビニルエーテルもしくはメチルシクロヘキシルビニルエーテルの如きシクロアルキルビニルエーテル類；ベンジルビニルエーテルもしくはフェネチルビニルエーテルの如きアラルキルビニルエーテル類；2,2,3,3-テトラフルオロプロピルビニルエーテル、2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロペンチルビニルエーテル、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9-ヘキサデカフルオロノニルビニルエーテル、パーフルオロメチルビニルエーテル、パーフルオロエチルビニルエーテル、パーフルオロプロピルビニルエーテル、パーフルオロオクチルビニルエーテルもしくはパーフルオロシクロヘキシルビニルエーテルの如き(パー)フルオロアルキルビニルエーテル類；または酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、n-酪酸

ビニルもしくはp-tert-ブチル安息香酸ビニル、または第三級炭素原子に結合したカルボキシ基を有するC₅~C₁₈なる脂肪族カルボン酸のビニルエステル類よりなる群から選ばれる少なくとも1種を用いるのが望ましい。

以上に掲げられた各種の反応成分から目的とするフルオロオレフィン共重合体(A)を得るには、フルオロオレフィン(a-1)の15~70重量%と、水酸基含有単量体(a-2)の1~30重量%と、共重合可能な他の単量体(a-3)の5~84重量%とを、好ましくは、(a-1)の20~60重量%、(a-2)の2~25重量%および(a-3)の10~77重量%を、これら全反応成分の合計量が100重量%となるように共重合させればよい。

フルオロオレフィン(a-1)の使用量が15重量%未満の場合には、耐候性が不十分であるし、一方、70重量%を超える場合には、塗膜の光沢が低くなるので、いずれも好ましくはなく、また水酸基含有単量体(a-2)の使用量が1重量%未満では、どうしても硬化性が低く、したがっ

て得られる塗膜の耐溶剤性が不十分となるし、一方、30重量%を超えると、硬化剤(4)の使用量が多くなり、その結果として、どうしても耐候性の低下を招くことになるので、いずれも好ましくなく、さらに共重合可能な他の単量体(a-3)の使用量が5重量%未満の場合には、塗膜の光沢が不十分となり易く、一方、84重量%を超えると、どうしても耐候性が低下するようになるので、いずれも好ましくない。

そして、当該フルオロオレフィン共重合体(A)を調製するには、また、ラジカル重合開始剤の存在下で、塊状重合、溶液(加圧)重合、懸濁重合または乳化重合などの公知の方法により、回分式、半連続式または連続式のいずれかの操作で行なえばよい。

上記したラジカル重合開始剤としては、アセチルパーオキサイドもしくはベンゾイルパーオキサイドの如きジアシルパーオキサイド類；メチルエチルケトンパーオキサイドもしくはシクロヘキサノンパーオキサイドの如きケトン系パーオキサ

イル、酢酸エチルもしくは酢酸ブチルの如きエステル系；アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンもしくはシクロヘキサノンの如きケトン系；ジメチルホルムアミドもしくはジメチルアセトアミドの如きアミド系；またはメタノール、エタノール、イソプロパノール、n-ブタノール、イソブタノール、sec-ブタノールもしくはエチレングリコールモノアルキルエーテルの如きアルコール系溶剤、あるいはこれらの混合物などがある。

また、こうした共重合反応を行なうにさいしては、分子量調節剤としてラウリルメルカプタン、オクタメルカプタン、2-メルカプトエタノールまたは α -メチルスチレン・ダイマーの如き各種の連鎖移動剤をも使用することができる。

共重合反応を行なうにさいしては、また、-20℃より150℃なる範囲内の温度が適当であるし、概ね100 kg/cm²以下の反応圧力が適当である。

かかる反応条件によっては、水酸基含有単量体(a-2)がフルオロオレフィン(a-1)と共重合

ド類；過酸化水素もしくはtert-ブチルヒドロパーオキサイドの如きヒドロパーオキサイド類；ジ-tert-ブチルパーオキサイドもしくはジクミルパーオキサイドの如きジアルキルパーオキサイド類；tert-ブチルパーオキシアセテートもしくはtert-ブチルパーオキシビバレートの如きアルキルパーオキシエステル類；または過硫酸カリウムもしくは過硫酸アンモニウムの如き過硫酸塩；あるいはアゾビスイソブチロニトリル、アゾビスイソバレロニトリルの如きアゾ系化合物などが代表的なものであるが、これらは必要に応じて、亜硫酸水素ナトリウムもしくはピロ亜硫酸ナトリウムの如き無機系還元剤、またはナフテン酸コバルトもしくはジメチルアニリンの如き有機系還元剤と組み合わせた形で用いてもよい。

共重合反応方法としては、前掲した如き各種の方法のうち、溶液重合法が最も簡便である。そのさいに用いられる溶剤として代表的なものにはトルエン、キシレン、シクロヘキサノール、n-ヘキサノールもしくはオクタンの如き炭化水素系；酢酸メチ

ル、酢酸エチルもしくは酢酸ブチルの如きエステル系；アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンもしくはシクロヘキサノンの如きケトン系；ジメチルホルムアミドもしくはジメチルアセトアミドの如きアミド系；またはメタノール、エタノール、イソプロパノール、n-ブタノール、イソブタノール、sec-ブタノールもしくはエチレングリコールモノアルキルエーテルの如きアルコール系溶剤、あるいはこれらの混合物などがある。

また、こうした共重合反応を行なうにさいしては、分子量調節剤としてラウリルメルカプタン、オクタメルカプタン、2-メルカプトエタノールまたは α -メチルスチレン・ダイマーの如き各種の連鎖移動剤をも使用することができる。

共重合反応を行なうにさいしては、また、-20℃より150℃なる範囲内の温度が適当であるし、概ね100 kg/cm²以下の反応圧力が適当である。

かかる反応条件によっては、水酸基含有単量体(a-2)がフルオロオレフィン(a-1)と共重合

するさい、往々にしてゲルに到るケースがあるが、こうしたゲル化防止の上からは、第三級アミン類や固形の塩基類などの、いわゆる塩基性物質を存在させた状態で共重合反応を行なうのが望ましい。

(5)

し、一方、150℃を超えて余りに高くなると、どうしても、塗膜の平滑性などが劣るようになるので、いずれも好ましくない。

次いで、前記した水酸基反応性硬化剤(Ⅲ)、つまり、フルオロオレフィン共重合体(A)中の水酸基と反応性を有する硬化剤の代表例としては、アミノプラスト、ブロックポリイソシアネート化合物、または多塩基酸(無水物)などが挙げられ、これら種々の硬化剤の併用は勿論、可能である。

そのうち、まずアミノプラストの代表例としてはメラミン、尿素、アセトグアナミン、ベンゾグアナミン、ステログアナミンまたはスピログアナミンの如きアミノ基含有化合物成分と、ホルムアルデヒド、パラホルムアルデヒド、アセトアルデヒドまたはグリオキサールの如きアルデヒド系化合物成分とを、公知慣用の方法により反応させて得られる縮合物、あるいはこれらの各縮合物をアルコール類でエーテル化せしめて得られるものなどが挙げられるが、通常、粉体塗料用として使用されているものであれば、いずれもが使用できる

ものが挙げられるが、就中、イソホロンジイソシアネート(IPDI)またはこのIPDIと各種ポリオール化合物との付加物の如き、いわゆるイソホロンジイソシアネート系のポリイソシアネートを、カーボプロラクタムでブロック化せしめた形のものの使用が望ましい。

また、ウレタンジオン結合の如き、熱によってイソシアネート基を再生するような化合物も使用できることは勿論である。

さらに、前記した多塩基酸硬化剤の代表例としては、一分子中に2個以上のカルボキシル基を有するアクリル樹脂、もしくは一分子中に2個以上のカルボキシル基を有するポリエステル樹脂、またはピロメリット酸などが挙げられるし、一方、多塩基酸無水物硬化剤の代表例としては、一分子中に2個以上の酸無水基を有するアクリル樹脂、無水トリメリット酸または無水ピロメリット酸などが代表的なものである。

以上に掲げられた各種の硬化剤(Ⅲ)成分化合物のうちでも、とくに物性や貯蔵安定性(耐ブロッキ

ことは勿論である。

また、ブロックポリイソシアネート化合物とは、もとより、一分子中に少なくとも2個のイソシアネート基を有する各種ポリイソシアネート化合物を公知慣用のブロック化剤でブロック化せしめて得られる化合物のことであり、そのうち、ポリイソシアネート化合物の代表例としては、ヘキサメチレンジイソシアネートもしくはトリメチルヘキサメチレンジイソシアネートの如き脂肪族ジイソシアネート類；水添キシリレンジイソシアネートもしくはイソホロンジイソシアネートの如き環状脂肪族ジイソシアネート類(脂環式ジイソシアネート類)；またはトリレンジイソシアネートもしくは4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネートの如き芳香族ジイソシアネート類などの有機ジイソシアネート化合物、あるいはこれらの各種有機ジイソシアネート化合物と、多価アルコール、低分子量ポリエステル樹脂または水などとの付加物、さらには、上記した有機ジイソシアネート化合物同志の重合体やイソシアネート・ビウレット体な

ング性)などの面からは、ブロックポリイソシアネート化合物の使用が望ましい。

さらにまた、前記した硬化触媒(Ⅳ)の代表例としては、前掲のブロックポリイソシアネート化合物を硬化剤(Ⅲ)として用いる場合には、ジブチル錫ジアセテート、ジブチル錫ジオクテート、ジブチル錫ジラウレート、トリエチルアミンまたはジメチルアミノエタノールなどが挙げられるし、また硬化剤(Ⅲ)としてアミノプラストを用いる場合の硬化触媒(Ⅳ)の代表例としては、パラトルエンスルホン酸、燐酸、または燐酸のアルキルエステル、あるいは「ベッカミン P-198」〔大日本インキ化学工業(株)製品〕または「ネイキュア 155、2500X、X-49-110、5225もしくは3525」(アメリカ国キング社製品)などで代表されるジノニルナフタレンジカルボン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸またはそれらの有機アミンブロック化合物などが挙げられる。

かくして得られる本発明の粉体塗料用樹脂組成物には、さらに必要に応じて、顔料、各種樹脂類、

流動調整剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤またはシランカップリング剤などの、公知慣用の各種添加剤を加えることができるのは勿論である。

そして、本発明の組成物は、前掲された如きそれぞれの成分を、熱ロールやコニーダーなどの混練機により、80～150℃程度の温度で溶融混練し、次いで粉碎することによって得られる。

〔実施例〕

次に、本発明を参考例、実施例および比較例により一層具体的に説明するが、以下において、部および％は特に断りのない限り、すべて重量基準であるものとする。

参考例1～9〔フルオロオレフィン共重合体(A)の調製例〕

内容積が1ℓなるステンレス製の耐圧容器内に、メチルイソブチルケトンの400gと、「パープナル PV」〔日本油脂(株)製の過氧化物系ラジカル重合開始剤〕の8gと、ビス(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジニル)セバケートの5gと、第1表に示されている通りのエチルビニ

(6) ルエーテル(EVE)、シクロヘキシルビニルエーテル(CHVE)、4-ヒドロキシブチルビニルエーテル(HBVE)、6-ヒドロキシヘキシルビニルエーテル(HHVE)、ビバリン酸ビニル(PIV)、「ベオパ 9」(オランダ国シェル社製の、第三級炭素原子に結合したカルゴキシル基を有するC₉の脂肪族カルボン酸のビニルエステル；以下、VV-9と略記する。)、シクロヘキサノカルボン酸ビニル(VCHC)、安息香酸ビニル(VBZ)またはp-tert-ブチル安息香酸ビニル(VPTBZ)を仕込んで、ドライアイス/メタノール浴で-70℃に冷却し、窒素ガスを吹き込んで耐圧容器内の空気を置換した。

次いで、液化採取したクロロトリフルオロエチレン(CTFE)または、ヘキサフルオロプロピレン(HFP)を同表に示される通りの重量比で仕込んで封管したし、一方、テトラフルオロエチレン(TFE)を用いる場合には、バルブ付きの耐圧容器を使用し、上述したと同様に各原料の仕込みを行ったのち、TFEポンプから、このTFEを加圧封

入し、その後、バルブを閉めてから秤量した。

しかるのち、これらのそれぞれの耐圧容器を、60℃に加温された回転式恒温水槽に入れて、16時間反応を行なってから、内容物を取り出し、さらに減圧、加熱条件下に、溶剤および揮発分を留去して、各種の目的共重合体を得た。

それぞれのフルオロオレフィン共重合体(A)について、各特性値を測定した処、同表に示されるような結果が得られた。

(7)

第 1 表

仕 込 み 単 量 体 組 成 分 (%)	(a) 成 分	HFP	参 考 例								
			1	2	3	4	5	6	7	8	9
			160	120	160			160	160		
仕 込 み 単 量 体 組 成 分 (%)	(a) 成 分	CTFE				160				180	120
		TFE					160				
		EVE	60	40	60	40	40		40	40	40
	(b) 成 分	CHVE						60			
		HBVE	32	20	48	8	32	32	32	32	
		HHVE									32
	(c) 成 分	VV-9			132				40		
		VBZ				192				40	40
		PIV					20				
		VPTBZ	148	220			148		128	108	
		VCHC						188			168
	特 性 値	軟化点(℃)	100	110	70	95	105	95	90	85	100
		水浸基価	40	25	60	10	40	40	40	40	30
		数平均分子量	5,000	6,000	4,000	10,000	10,000	8,000	12,000	10,000	8,000
	フルオロオレフィン 共重合体(A)の呼称		A-1	A-2	A-3	A-4	A-5	A-6	A-7	A-8	A-9

実施例 1 ~ 10

各参考例で得られたそれぞれのフルオロオレフィン共重合体(A)を、第2表に示されている通りの重量比の硬化剤(B)および充填剤を混合し、あるいは硬化剤(B)、硬化触媒(C)および充填剤を混合し、冷却し、粉碎してから、150メッシュの金網にて分級して粉体塗料を得た。

次いで、それぞれの粉体塗料を0.8mm厚のボンダライト処理鋼板に、焼付後の膜厚が60~70ミクロンとなるように各別に静電塗装し、180℃で20分間焼付を行なって、各種の硬化塗膜を得た。

それぞれの塗膜について諸物性の評価を行なった処、同表に示されるような結果が得られた。

なお、各物性の評価の要領ならびに基準は、次に示す通りである。

平滑性…目視により判定

光沢…JIS K5400の6・7項に準拠

エリクセン…JIS Z-2247に準拠

このエリクセン値が大きいほど、可撓性にすぐれることを意味する。

耐プロッキング性…粉体塗料の15gを40mmφの試験管に採取し、20g/cm²の荷重をかけて35℃に240時間放置してから試料を取り出し、そのさい、元の粉末状に戻る場合には「良好」とし、プロッキングが認められる場合には「不良」とした。

耐候性…サンシャイン・ウェザオメーターにかけて1,000時間後の、光沢の保持率を以て表示し、数値の高いものほど、耐候性にすぐれていることを意味する。

(8)

第 2 表

		実 施 例										比 較 例	
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2
共 重 合 体	A - 1	100					100					市 販 ア ク リ ル 粉 体 塗 料	市 販 ア ロ マ チ ン シ ア ネ ー ト ポ リ エ ス テ ル 塗 料
	A - 2		100										
	A - 3			100									
	A - 4				100								
	A - 5					100							
	A - 6							100					
	A - 7								100				
	A - 8									100			
	A - 9										100		
硬 化 剤	「IPDI adduct B-1530」 ¹⁾	20	12.5		5	20	20	20	20	20	15		
	「BPF-1540」 ²⁾			29									
充 填 剤	「タイマー CR-90」 ³⁾	40	40	40	40	40		40	40	40	40		
添 加 剤	「アクロナール 4P」 ⁴⁾	1											
	ベンゾイン	0.5											
硬 化 触 媒	ジブチル錫ジラウレート	0.2											
塗 膜 性 能	平 滑 性	優 秀										良 好	可
	光 沢 (60°)	96	98	95	91	90	100	92	92	99	93	95	90
	エリクセン値 (mm)	> 7										4	> 7
	耐ブロッキング性	良 好										良	好
	耐 候 性	98	99	95	97	99	98	98	97	98	96	30	10

- 註 1) アメリカ国デュPont社製の、イソホロンジイソシアネートのε-カプロラクタム・ブロック化合物
 2) 同上社製の、ウレタン結合を有するイソホロンジイソシアネート化合物
 3) 石原産業(株)製のルチル型酸化チタン
 4) 西ドイツ国バスケ社製の流展剤

〔 発 明 の 効 果 〕

第 2 表の結果からも明らかなように、本発明の粉体塗料用樹脂組成物は、従来型粉体塗料を遙かに凌駕する耐候性を有すると共に、種々の物性のバランスにも優れたものであることが知れる。

代理人 弁理士 高 橋 勝 利